



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **11080602 A**(43) Date of publication of application: **26 . 03 . 99**

(51) Int. Cl. **C09D 5/03**
// B01F 3/08
B01F 3/12
B01F 15/06

(21) Application number: **09250462**(22) Date of filing: **16 . 09 . 97**(71) Applicant: **DAINIPPON INK & CHEM INC**

(72) Inventor: **KASHIWAGI YASUYOSHI**
HAYASHI MUNEKAZU
MATSUKURI KINJI
ISHIKAWA HIDENORI
OGOSHI NOBORU

(54) PREPARATION OF POWDER SLURRY COATING**(57) Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a process for preparing a powder slurry coating which can eliminate the need to provide the step of grinding and can improve heat stability and the appearance of coatings by comprising mixing a water dispersion of a curing agent with a water dispersion of fines particles of a resin prep'd. by mixing a resin melt contg. a synthetic resin for a powder coating with an aq. medium.

SOLUTION: A resin melt obtd. by heat-melting a, kneaded product of a synthetic resin for a powder coating and optionally a photoinitiator and a color pigment is mixed with an aq. medium heated to a temp. around the softening point of the resin under pressure. The resin

melt is mechanically emulsified and dispersed in the aq. medium while maintaining the mixture at a temp. around the softening point of the resin. The system is rapidly cooled to obtain a water dispersion (A) of fines particles of the resin. Separately, a melt of a curing agent obtd. by heat melting a curing agent is mixed with an aq. medium heated to a temp. around the softening point of the curing agent. The melting of the curing agent is mechanically emulsified and dispersed in the aq. medium while maintaining the mixture at a temp. around the softening point of the curing agent. The system is rapidly cooled to obtain a water dispersion (B) of fine particles of the curing agent. Next, the component A is mixed with the component B.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-080602

(43)Date of publication of application : 26.03.1999

(51)Int.Cl.

C09D 5/03
// B01F 3/08
B01F 3/12
B01F 15/06

(21)Application number : 09-250462

(71)Applicant : DAINIPPON INK & CHEM INC

(22)Date of filing : 16.09.1997

(72)Inventor : KASHIWAGI YASUYOSHI
HAYASHI MUNEKAZU
MATSUKURI KINJI
ISHIKAWA HIDENORI
OGOSHI NOBORU

(54) PREPARATION OF POWDER SLURRY COATING

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a process for preparing a powder slurry coating which can eliminate the need to provide the step of grinding and can improve heat stability and the appearance of coatings by comprising mixing a water dispersion of a curing agent with a water dispersion of fines particles of a resin prep'd. by mixing a resin melt contg. a synthetic resin for a powder coating with an aq. medium.

SOLUTION: A resin melt obtd. by heat-melting a, kneaded product of a synthetic resin for a powder coating and optionally a photoinitiator and a color pigment is mixed with an aq. medium heated to a temp. around the softening point of the resin under pressure. The resin melt is mechanically emulsified and dispersed in the aq. medium while maintaining the mixture at a temp. around the softening point of the resin. The system is rapidly cooled to obtain a water dispersion (A) of fines particles of the resin. Separately, a melt of a curing agent obtd. by heat melting a curing agent is mixed with an aq. medium heated to a temp. around the softening point of the curing agent. The melting of the curing agent is mechanically emulsified and dispersed in the aq. medium while maintaining the mixture at a temp. around the softening point of the curing agent. The system is rapidly cooled to obtain a water dispersion (B) of fine particles of the curing agent. Next, the component A is mixed with the component B.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-80602

(43) 公開日 平成11年(1999)3月26日

(51) Int. Cl. ⁸

識別記号

F I

C 0 9 D 5/03
// B 0 1 F 3/08
3/12
15/06

C 0 9 D 5/03
B 0 1 F 3/08 Z
3/12
15/06 Z

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平9-250462

(22) 出願日 平成9年(1997)9月16日

(71) 出願人 000002886

大日本インキ化学工業株式会社
東京都板橋区坂下3丁目35番58号

(72) 発明者 柏木 恭義

千葉県千葉市緑区誉田町1-646

(72) 発明者 林 宗和

千葉県市原市草刈1902ちはら台4-10-2, 10-405

(72) 発明者 真造 謹爾

千葉県佐倉市染井野2-12-5

(72) 発明者 石川 英宣

千葉県市原市若宮6-5-4

(74) 代理人 弁理士 高橋 勝利

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粉体スラリー塗料の製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 有機溶剤を使わずに、塗膜が良好な小粒径の硬化性粉体スラリー塗料を連続的に製造できる方法を提供する。

【解決手段】 (1) 粉体塗料用合成樹脂と、必要に応じて光開始剤、着色顔料との混練物を加熱熔融して成る樹脂熔融体 (a) と、加熱した水性媒体 (b) とを混合し、軟化点前後の温度に維持しながら、機械的に乳化分散させた後、急冷して得られる樹脂微粒子の水分散液

(c) と、(2) 硬化剤を加熱熔融して成る硬化剤熔融体 (d) と、加熱した水性媒体 (e) とを混合し、該硬化剤の軟化点前後の温度に維持しながら、(d) を

(e) 中に機械的に乳化分散させ、その後急冷して得られる硬化剤微粒子の水分散液 (f) とを (3) 混合する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】(1)粉体塗料用合成樹脂と、必要に応じて光開始剤、着色顔料との混練物を加熱熔融して成る樹脂熔融体(a)と、加熱し、必要に応じてさらに加圧することにより該合成樹脂の軟化点前後の温度に加熱した水性媒体(b)とを混合し、該混合物の温度を該合成樹脂の軟化点前後の温度に維持しながら、前記樹脂熔融体(a)を水性媒体(b)中に機械的手段により乳化分散させ、その後直ちに急速冷却することにより得られる樹脂微粒子の水分散液(c)と、(2)硬化剤を加熱熔融して成る硬化剤熔融体(d)と、加熱し、必要に応じてさらに加圧することにより該硬化剤の軟化点前後の温度に加熱した水性媒体(e)とを混合し、該混合物の温度を該硬化剤の軟化点前後の温度に維持しながら、前記硬化剤熔融体(d)を水性媒体(e)中に機械的手段により乳化分散させ、その後直ちに急速冷却することにより得られる硬化剤微粒子の水分散液(f)とを(3)混合することを特徴とする粉体スラリー塗料の製造方法。

【請求項2】樹脂微粒子の水分散液(c)と硬化剤微粒子の水分散液(f)とを混合後、粘度調整剤を添加する請求項1記載の製造方法。

【請求項3】前記粉体塗料用合成樹脂が、アクリル樹脂、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂からなる群から選択される1種以上の樹脂を含む請求項1又は2記載の製造方法。

【請求項4】乳化分散の機械的手段として、スリットを有するリング状固定子とスリットを有するリング状回転子とを、僅かな間隙を保って、該固定子と該回転子が相互に咬み合うように同軸上に設けた高速回転型連続式乳化分散機を使用する請求項1～3のいずれか1項記載の製造方法。

【請求項5】粉体塗料用合成樹脂と必要に応じて光開始剤、着色顔料との混練物を加熱熔融して成る樹脂熔融体、又は硬化剤を加熱熔融して成る硬化剤熔融体と、水性媒体との混合物を、前記高速回転型連続式乳化分散機に供給し、該混合物を、前記回転子の高速回転により前記スリットと前記間隙とを通して回転子の内心から遠心方向に流し、前記固定子のスリットと回転子のスリットを通過する間にせん断力を与えるとともに、該混合物が該固定子と該回転子との間の隙間を通過する間にズリ応力を与えることによって、該樹脂熔融体を水性媒体中に乳化分散し、一方同様な方法で硬化剤熔融体を水性媒体中に乳化分散して、その両分散液を混合する請求項4記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は塗料等の技術分野において用いられる、粉体スラリー塗料の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】粉体塗料等の製造方法としては、従来から湿式法と乾式法がある。湿式法は通常の溶剤型塗料とほとんど同じ方法で塗料を作った後、溶剤を留去して粉砕するか、大量の非溶剤の中に噴出分散後、ろ別乾燥するか、あるいは加温空气中にスプレーして粉状にすると同時に溶剤を除去する等の方法が行われている。しかし技術上の問題が多い上に現状では後者に比べてコスト高となる為、実用されていない。

【0003】乾式法は各種原料を混合、加熱溶融、混練し、さらに冷却、粉砕、分級する各工程からなる。有機溶剤を使用しない塗料として今後さらなる発展が考えられる。しかし乾式法には、下記の問題点が列記される。

【0004】1)樹脂と硬化剤とを主原料とする粉体塗料において、硬化剤を数十ミクロンに粉砕したものと樹脂等とを混練する工程で、熱安定性を維持する為に、硬化剤の軟化点以下の温度で行わねばならない為十分な混練が出来ず、塗膜の外観が悪い。

【0005】2)乾式法によって製造される粉体塗料は、形状が不定形にならざるを得ず、特に体積平均径が20ミクロン以下の粉体塗料の場合には粉体としての流動性が極端に悪化する。

【0006】3)粉体が小粒径になればなるほど粉体重量当たりに必要な粉砕エネルギーが飛躍的に増大し、コスト高になってしまう。近年粉体塗料の動向として、表面の平滑性および光沢性向上の要請から粉体塗料の平均粒子径は益々小粒径化する方向にあり、近い将来10ミクロン以下の超微粒子粉体塗料の出現が期待されているが、従来技術の粉砕法の粉体塗料では、非常に製造が困難であり、またできたとしてもコスト高になる。

【0007】上記の問題を湿式法、乾式法で克服するのは非常に困難である。本発明の粉体スラリー塗料は、従来上記で得られる粉体塗料を水性媒体中に分散させることによって製造される。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、樹脂と硬化剤とを原料として含む粉体塗料を製造する場合、従来法を抜本的に改良して、その問題点を解決した粉体スラリー塗料の製造法を提供することを目的とするものである。

【0009】具体的には、

①本発明は、樹脂等と硬化剤を分けて加熱溶融するため、熱安定性の問題を避けることができ、製造し易い。そして樹脂等と硬化剤の各々の軟化点以上の温度に容易に加熱、溶融できるので、超微粒子のスラリーとなり、塗膜の外観が向上する。

【0010】②本発明は、乾式法におけるコストのかかる粉砕工程が全く不要な球形の粉体スラリー塗料の製造方法を提供する。

③本発明は、10ミクロン以下の超微粒子の粉体塗料を

容易に製造可能で、簡易でかつ生産性の高い連続製造方法を提供する。

【0011】④本発明は、粉体塗装ラインのような設備が不要で、既存の水系塗装ラインであればほとんど手を加えずに導入できる製造法を提供する。

【0012】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、樹脂と硬化剤とを主要原料として含む粉体塗料を製造する場合、有機溶剤を全く使用しない乾式法のメリットと、湿式法の球形で微粒子の粉体塗料のメリットの両方を併せ持つ粉体塗料ができないかと鋭意試行検討を繰り返した結果、樹脂等の原料と硬化剤とを分けてそれぞれ粉体スラリーを製造することにより上記課題が達成できることを見出し、本発明を完成させるに至った。

【0013】すなわち本発明は、粉体塗料用合成樹脂と、必要に応じて光開始剤、着色顔料との混練物を加熱熔融して成る樹脂熔融体(a)と、加熱し、必要に応じてさらに加圧することにより該合成樹脂の軟化点前後の温度に加熱した水性媒体(b)とを混合し、該混合物の温度を該合成樹脂の軟化点前後の温度に維持しながら、前記樹脂熔融体(a)を水性媒体(b)中に機械的手段により乳化分散させ、その後直ちに急速冷却することにより得られる樹脂微粒子の水分散液(c)と、硬化剤を加熱熔融して成る硬化剤熔融体(d)と、加熱し、必要に応じてさらに加圧することにより該硬化剤の軟化点前後の温度に加熱した水性媒体(e)とを混合し、該混合物の温度を該硬化剤の軟化点前後の温度に維持しながら、前記硬化剤熔融体(d)を水性媒体(e)中に機械的手段により乳化分散させ、その後直ちに急速冷却することにより得られる硬化剤微粒子の水分散液(f)とを混合することを特徴とする粉体スラリー塗料の製造方法を提供するものであり、好ましくは前記粉体塗料用合成樹脂が、アクリル樹脂、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂からなる群から選択される1種以上の樹脂からなる粉体スラリー塗料の製造法であり、好ましくは乳化分散の機械的手段として、スリットを有するリング状固定子とスリットを有するリング状回転子とを、僅かな間隙を保って、該固定子と該回転子が相互に咬み合うように同軸上に設けた高速回転型連続式乳化分散機を使用し、好ましくは粉体塗料用合成樹脂と必要に応じて光開始剤、着色顔料との混練物を加熱熔融して成る樹脂熔融体、又は硬化剤を加熱熔融して成る硬化剤熔融体と、水性媒体との混合物を、前記高速回転型連続式乳化分散機に供給し、該混合物を、前記回転子の高速回転により前記スリットと前記間隙とを通して回転子の内心から遠心の方に流し、前記固定子のスリットと回転子のスリットを通過する間にせん断力を与えるとともに、該混合物が該固定子と該回転子との間の隙間を通過する間にズリ応力を与えることによって、該樹脂熔融体を水性媒体中に乳化分散し、一方同様な方法で硬化剤熔融体を水性媒体中に

乳化分散して、その両水分散液を混合する粉体スラリー塗料の製造方法を提供する。

【0014】

【発明の実施の態様】本発明は、溶剤を使わずに樹脂微粒子を水性媒体中に分散させた水分散液と硬化剤微粒子を水性媒体中に分散させた水分散液を製造し、この両水分散液を混合することを特徴とする粉体スラリー塗料の製造方法(水乳化分散法)であり、3つの工程を経るものである。第1工程及び第2工程は、樹脂等粒子の水分散液の製造及び硬化剤粒子の水分散液の製造であり、第3工程は両水分散液を混合する工程である。

【0015】まず本発明の第1工程について説明する。すなわち第1工程は、粉体塗料用合成樹脂と、必要に応じて光開始剤、着色顔料との混練物を加熱熔融して成る樹脂熔融体(a)と、加熱し、必要に応じてさらに加圧することにより該合成樹脂の軟化点前後の温度に加熱した水性媒体(b)とを混合し、該混合物の温度を該合成樹脂の軟化点前後の温度に維持しながら、前記樹脂熔融体(a)を水性媒体(b)中に機械的手段により乳化分散させ、その後直ちに急速冷却することにより樹脂微粒子の水分散液(c)を製造する工程である。

【0016】この工程で用いる粉体塗料用合成樹脂は、粉体塗料に適していれば、どのようなものであってもかまわない。例えばアクリル樹脂、エポキシ樹脂、アミン変性樹脂、フェノール樹脂、キシレン樹脂、ポリエステル樹脂、尿素樹脂、ウレタン樹脂、ブロックイソシアネート樹脂およびこれらの混合物等が挙げられる。これらのうち、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂が好ましい。

【0017】光開始剤は、粉体塗料に適しているものであればどのようなものであってもかまわない。光開始剤としては、例えばアセトフェノン、ベンゾフェノン、ミヒラーケトン、ベンジル、ベンゾイン、ベンゾインイソブチルエーテル、ベンジルジメチルケタール、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン、2-ヒドロキシ-2-ジメチル-1-フェニルプロパン-1-オン、1-(4-イソプロピルフェニル)-2-ヒドロキシ-2-メチルプロパン-1-オン、アゾビスイソブチルニトリル、ベンゾイルパーオキサイド、ジ-tert-ブチルパーオキサイド等が挙げられる。上記ベンジルジメチルケタールの市販品としては、イルガキュア-651(チバガイギー社製)が挙げられ、上記1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトンの市販品としては、イルガキュア-184(チバガイギー社製)が挙げられる。

【0018】合成樹脂には、光開始剤の他、必要に応じて、着色顔料等を添加することができる。着色顔料としては、有機顔料、無機顔料等が挙げられる。有機顔料としては、例えばアゾ系顔料、フタロシアニン系顔料、縮合多環系顔料、ニトロソ系顔料等が挙げられ、無機顔料としては、例えば酸化物系顔料、フタロシアニン化合物、

クロム酸塩系顔料、炭素系顔料、マイカ系顔料、金属粉末顔料等が挙げられる。これらの顔料は、顔料分散剤によって被覆されてもよい。

【0019】その他、添加剤として、必要に応じて充填剤、防錆剤、紫外線安定剤、紫外線吸収剤、流動調整剤、ハジキ防止剤等が配合される。上記の原料を混練し、加熱熔融し、樹脂熔融体を製造する。具体的には合成樹脂、必要に応じて光開始剤、着色顔料、添加剤をミキサーでドライブレンドした後、攪拌機付きの加熱溶解槽で完全に溶解させ、樹脂溶解体タンクに送られる。

【0020】次に本発明の水性媒体について説明する。一般に水性媒体は基本的には水であり、安定な樹脂溶解体の水分散液をつくるために、必要により分散剤、界面活性剤を添加してもよい。分散剤としては、例えば、スチレン等の懸濁重合で良く用いられているポリビニルアルコール、ヒドロキシエチルセルロースなどの水溶性高分子分散安定剤、あるいは磷酸カルシウムなど難水溶性の無機系分散安定剤等が挙げられ、これらの中から適当なものを使用すればよい。また界面活性剤としては、例えば2, 6, 8-トリメチル-4-ノニルオキシポリエチレンオキシエタノール等が挙げられる。

【0021】合成樹脂に対する水性媒体の比率は水系乳化解散液を作るのに十分な量である必要がある。本発明の無溶剤水乳化解散法においては、前記の合成樹脂熔融体と水性媒体とを樹脂の軟化点前後の温度に加熱しておくことを特徴とする。軟化点前後の温度は、特に限定されないが、合成樹脂を熔融状態に維持するために軟化点 $\pm 30^{\circ}\text{C}$ 以内の温度が好ましい。

【0022】上記の水性媒体は、加熱し、必要により加圧した高温の水性媒体である。加熱用熱交換器等の使用により、粉体塗料用合成樹脂を熔融させるために合成樹脂の軟化点前後の温度まで加熱される。このため、水性媒体は、使用する合成樹脂の軟化点によって、工程中に設けられた $1\text{Kg}/\text{cm}^2 \sim 20\text{Kg}/\text{cm}^2$ 程度の加圧手段によって圧力をかけ、適性温度に調整される。特に合成樹脂の軟化点が低い場合は必ずしも加圧手段を用いる必要はないが、軟化点が 100°C 以上の場合には、水性媒体が沸騰しないように加圧する必要がある。

【0023】次に上記の工程で得られる樹脂熔融体と高温水性媒体との混合直後に、樹脂熔融体を水性媒体に機械的に乳化解散させる。樹脂熔融体を水性媒体に機械的に乳化解散させるための装置としては、スリットを有するリング状固定子とスリットを有するリング状回転子とを、僅かな間隙を保って、該固定子と該回転子が相互に咬み合うように同軸上に設けた構造を有する高速回転型連続式乳化解散機を用いるのが好ましい。

【0024】この本発明の高速回転型連続式乳化解散機は、樹脂熔融体と高温高圧の水性媒体とを連続的に圧入して、合成樹脂の軟化点前後の温度で、合成樹脂の分解温度以下の高温高圧下で急速に均一混合して乳化解散

し、連続的に排出できる構造の装置である。

【0025】高速回転型連続式乳化解散機は、前記回転子を高速回転させることによって合成樹脂熔融体を水性媒体中に乳化解散することができる。この乳化解散機の温度は、合成樹脂を一定の熔融状態に保持するため、加熱する必要がある、このため乳化解散機には保温のためのジャケットを設置することが好ましい。合成樹脂の最適温度は、目的とする粒子の粒子径、樹脂の分子量などによって異なるが、 $80^{\circ}\text{C} \sim 220^{\circ}\text{C}$ に設定するのが好ましい。

【0026】高速回転型連続式乳化解散機内の温度は、供給する樹脂熔融体の温度、供給する水性媒体の温度、ジャケットの保温効果と機内でのせん断力による発熱量のバランスで、一定温度に制御される。

【0027】また高速回転型連続式乳化解散機内の圧力は、水性媒体の機内温度における蒸気圧と回転子のポンプ機能による吐出圧で決まる。通常、樹脂微粒子の水分散液を冷却した後に自動圧力制御弁を設け、内部圧を一定に保ち、該水分散液を大気圧下に連続的に取り出す方法が好ましい。

【0028】高速回転型連続式乳化解散機内では、樹脂熔融体と、高温水性媒体との混合物を、高速回転型連続式乳化解散機に供給し、該混合物を、前記回転子の高速回転により前記スリットと前記間隙とを通して回転子の内心から遠心の方向に流し、前記固定子のスリットと回転子のスリットを通過する間にせん断力を与えるとともに、該混合物が該固定子と該回転子との間の隙間を通過する間にズリ応力を与えることによって、微分散がなされる。この固定子及び回転子のスリットはノズルでも、同様な効果を奏することができるので、固定子、回転子の両方、又はいずれか一方のスリットをノズルに変えることもできる。

【0029】以下図面により本発明の機械的微分散に好ましく用いられる高速回転型連続式乳化解散機について説明する。高速回転型乳化解散機の固定子1は、同一中心で固着され、その中心が原料入口と連通する液入口2となって開口している。固定子1の円形面には、固定子と同心円でリング状の突起3が1段又は2段以上の多段状に突設されている。突起同士の間隙には、円周溝4が形成されており、それぞれの突起に複数のスリット5が形成されている。これらのスリットの幅は、 $0.6\text{mm} \sim 3.0\text{mm}$ であり、スリットは各リング状突起に12～72本付いていて櫛の歯状となっている。このスリットの幅は、供給された液の粒子径を小さくするため、外周の突起ほど小さくなるのが好ましい。

【0030】高速回転型連続式乳化解散機内の他方の内壁の中心には駆動軸6が付設され、駆動部に接続されて、高速回転される。高速回転型連続式乳化解散機の回転子7は、この駆動部の先端に、固定子と平行にかつ同一中心軸上に固定されている。固定子に対向する回転子

の対向面には、回転子と同心円で円環状の1段又は2段以上の多段状突起8が突設されている。それぞれの回転突起は固定子と同様に、突起同士の間隙には円周溝9が形成され、それぞれの突起には複数のスリット10が形成されている。

【0031】この固定子1と回転子7とは、固定子の突起3及び円周溝4、回転子の突起8及び円周溝10が僅かな間隙を維持しつつ挿入状態で咬み合わされた状態で使用に供される。

【0032】本発明で用いる高速回転型連続式乳化分散機は、この咬み合わせによって形成された間隙に樹脂溶融体と高温高压水性媒体との混合物が供給され、該混合物が回転子の内心から遠心方向へ流れ、前記回転子の高速回転によってせん断力を受け、及び該混合物が該固定子と該回転子との間の隙間を通過する間にズリ応力を受けることによって樹脂溶融体が水性媒体中に乳化分散するものである。

【0033】この高速回転型連続式乳化分散機の主液入口2に供給された樹脂溶融体と高温高压水性媒体は、回転子7が高速回転すると、最内側の回転子の突起のスリットに入り、遠心力により該回転子の突起の外周から吐出され、最内側の固定子の突起に押しつけられ、その固定子の突起のスリットに入る。このスリットに入った混合液は、遠心力により最内側の回転子のスリットに入った混合物に押されて第2回転子の円周溝に押し出される。このとき該混合物は、最内側の固定子の突起と第2回転子の突起によってせん断力を加えられるとともに、固定子と回転子との間隙を通過するに伴って、ズリ応力が加えられる。混合液が合流するとさらにせん断力が加えられ、後の混合液に押されて第2固定子の突起のスリットに入り、前記と同様のことを繰り返して受けながら、混合物が順次遠心方向に移動され、乳化分散が完了される。

【0034】この混合物の流れと、せん断力及びズリ応力の関係については、図4に示されるとおりである。高速回転型連続式乳化分散機の回転子の回転数は駆動軸に接続された駆動モーターで制御される。回転数が大きく周速が大きいほど大きいせん断力を受けて、合成樹脂の粒子径が小さくなる。直径10cmの回転子を使用して、好ましい回転数は3,000~10,000rpmである。

【0035】本発明の高速回転型連続式乳化分散機として市販されている装置の例としては、キャピトン(株式会社ユーロテック)を挙げることができる。次いで上記高速回転型連続式乳化分散機の出口から得られた樹脂微粒子の水分散液を、生成した樹脂粒子同士が衝突して凝集物が発生しない間に、出来るだけ速やかに合成樹脂のガラス転移温度以下の温度まで急速に冷却する。

【0036】急速に冷却する装置としては、市販されている熱交換器を用いることができ、冷却水と熱交換させ

ながら冷却する。冷却速度は特に限定しないが、凝集物が発生しないようにするためには、10℃/秒以上であることが好ましい。

【0037】合成樹脂のガラス転移温度付近まで急速に冷却した後は、圧力制御弁により圧力を大気圧にまで戻すことにより、樹脂微粒子のスラリーとして得られる。次に本発明の第2工程について説明する。

【0038】すなわち第2工程は、硬化剤を加熱熔融して成る硬化剤溶融体(d)と、加熱し、必要に応じてさらに加圧することにより該硬化剤の軟化点前後の温度に加熱した水性媒体(e)とを混合し、該混合物の温度を該硬化剤の軟化点前後の温度に維持しながら、前記硬化剤溶融体(d)を水性媒体(e)中に機械的手段により乳化分散させ、その後直ちに急速冷却することにより硬化剤微粒子の水分散液(f)を得る工程である。

【0039】この工程で用いる硬化剤は、粉体塗料に適していればどのようなものであってもかまわない。第1工程で用いる粉体塗料用合成樹脂と反応するような官能基を有する必要があるが、合成樹脂の種類によって相違する。硬化剤としては、例えばポリカルボン酸(ドデカン二酸、トリメリット酸等)、アミノ樹脂やブロックポリイソシアネート、ポリエポキシド、ポリオール等が挙げられる。

【0040】硬化剤を熔融して硬化剤溶融体を製造する方法は、上記の樹脂溶融体を製造する第1工程と同様である。また水性媒体、機械的手段による乳化分散の方法、急速冷却の方法は上記の第1工程と同様である。

【0041】次に本発明の第3工程について説明する。すなわち樹脂微粒子の水分散液と硬化剤微粒子の水分散液とを決められた比率で混合し、必要に応じて粘度調整剤を入れる工程である。

【0042】樹脂微粒子の水分散液と硬化剤微粒子の水分散液との混合比率は、特に限定されず、合成樹脂の種類によって異なる。粘度調整剤としては、例えばアクリル樹脂等が挙げられ、具体的製品としては、プライマルASE-60(日本アクリル化学製)が挙げられる。

【0043】以上の第1工程から第3工程までのフローの1例を図5により説明する。すなわち上記の方法で製造された樹脂溶融体を入れたタンク12からポンプ13を介して高速回転型連続式乳化分散機11に樹脂溶融体を供給すると同時に、水性媒体を入れた水性媒体タンク14から加熱用熱交換器15を通して高温水性媒体を得、この高温水性媒体をポンプ16を介して高速回転型連続式乳化分散機11に供給する。樹脂溶融体と高温水性媒体はこの乳化分散機11内で乳化分散され、樹脂溶融体水分散液が得られる。この水分散液を直ちに冷却用熱交換器17に通し冷却し、圧力調整弁18を経て樹脂スラリータンク19に送られる。この樹脂のフロー全工程の圧力を圧力調整弁18で調整する。

【0044】同様に上記の方法で製造された硬化剤溶融

体を入れたタンク22からポンプ23を介して高速回転型連続式乳化分散機21に硬化剤熔融体を供給すると同時に、水性媒体を入れた水性媒体タンク24から加熱用熱交換器25を通して高温水性媒体を得、この高温水性媒体をポンプ26を介して高速回転型連続式乳化分散機21に供給する。硬化剤熔融体と高温水性媒体はこの乳化分散機21内で乳化分散され、硬化剤熔融体水分散液が得られる。この水分散液を直ちに冷却用熱交換器27に通し冷却し、圧力調整弁28を経て硬化剤スラリータンク29に送られる。この硬化剤のフロー全工程の圧力を圧力調整弁28で調整する。

【0045】本発明の粉体スラリー塗料の製造方法は、樹脂熔融体と高温水性媒体から、高速回転型連続式乳化分散機を経て冷却までの一連の工程と硬化剤熔融体と高温水性媒体から、高速回転型連続式乳化分散機を経て冷却までの一連の工程とを連続で行うことができるものである。もちろん急速冷却までを連続プロセスにし、合成樹脂スラリー及び硬化剤スラリーを得た後は、各々のスラリータンク19、29から樹脂スラリーポンプ20、硬化剤スラリーポンプ30を経て、粉体スラリータンク31で混合され、必要に応じて粘度調整剤を添加してもよい。

【0046】本発明は、上記のとおり樹脂及び硬化剤熔融体と高温高圧水性媒体との混合物を高速回転型乳化分散機で高せん断力、ズリ応力及び高周波レベルの圧力変動を発生させ、強力な攪拌・破碎作用を利用して無溶剤乳化分散を行うものである。

【0047】生成する樹脂微粒子及び硬化剤微粒子の平均粒子径の支配因子は、①乳化分散機の回転子の回転速度、②合成樹脂、硬化剤および水性媒体の温度である。これらの支配因子はすべてその数値を大きくしてやると合成樹脂及び硬化剤の水分散性がアップし、合成樹脂微粒子及び硬化剤微粒子の粒子径は小さくなる。

【0048】

【実施例】以下本発明の実施例を示すが、本発明はこれらの実施例によって制限されるものではない。また実施例中の部、%はすべて重量基準によるものとする。

【0049】実施例1

①合成樹脂等の微粒子のスラリーの製造

ファインデックA-207S（アクリル樹脂：大日本インキ化学工業製）を99.4部、アクロナール4F（流動調節剤：BASF社製）を0.6部をミキサーで予備混合し、攪拌機付加熱溶融槽で完全に溶融した後に、図5の12の樹脂熔融体タンクにホールドする。13のポンプで、200℃に加熱しながら、キャピトンCD1010に毎分100gの速度で送り込んだ。図5の水性媒体タンクのイオン交換水（PVA0.1%含有）を、熱交換器で180℃に加熱しながら毎分1リットルの速度でキャピトンに送り込んだ。回転子の回転速度は8000rpm、圧力は10Kg/cm²で運転し、製造

したスラリーは180℃から65℃まで15秒以内に冷却して取り出し、平均粒径2ミクロン、最大粒径10ミクロン以下のほぼ球形の樹脂微粒子のスラリーを得た。

【0050】②硬化剤の微粒子のスラリーの製造
ドデカン二酸（硬化剤）100部をミキサーで予備混合し、攪拌機付加熱溶融槽で完全に溶融した後に、図5の22の硬化剤溶融タンクにホールドする。23の硬化剤ポンプで、140℃に加熱しながら、キャピトンCD1010に毎分100gの速度で送り込んだ。図5の24の水性媒体タンクのイオン交換水（PVA0.1%含有）を、熱交換器で110℃に加熱しながら毎分1リットルの速度でキャピトンに送り込んだ。回転子の回転速度は8000rpm、圧力は2Kg/cm²で運転し、製造したスラリーは110℃から65℃まで10秒以内に冷却して取り出し、平均粒径2ミクロン、最大粒径10ミクロン以下のほぼ球形の硬化剤微粒子のスラリーを得た。

【0051】③合成樹脂等スラリーと硬化剤スラリーの混合

合成樹脂等スラリーと硬化剤スラリーを84：16の比率で混合し、このスラリーにプライマルASE-60（粘度調整剤：日本アクリル化学製）を1wt%（Solid換算）入れて、平均粒径2ミクロン、最大粒径10ミクロン以下のほぼ球形の粉体スラリー塗料を得た。このスラリー塗料を冷間圧延鋼のパネルに厚さ約1ミルにスプレー塗装をした。このパネルを100℃で15分間焼き付けした後、150℃で20分間焼き付けたところ、透明で硬く、平滑性のある塗膜を得た。

【0052】

【発明の効果】本発明によれば、樹脂と硬化剤とを別々に加熱溶融するため、粉体スラリー塗料を塗布して得られる塗膜の外観が良好である。また有機溶剤を使わずに、極めて容易かつ生産性が高い連続製法で小粒径の硬化性の粉体スラリー塗料が製造でき、従来の粉碎手段では粉体化できなかったような樹脂でも経済的に粉体化できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に用いる回転型連続式乳化分散機の固定子及び回転子の斜視図である。

【図2】本発明に用いる回転型連続式乳化分散機の要部断面を表した図である。

【図3】図2のA-A'部を側面から見たときの固定子突起と回転子突起の組み合わせ状態を表した図である。

【図4】本発明に用いる回転型連続式乳化分散機の回転子の回転より固定子と回転子の間を流れる流体にかかる力を表した図である。

【図5】本発明にかかる粉体スラリー塗料の製造方法の説明図である。

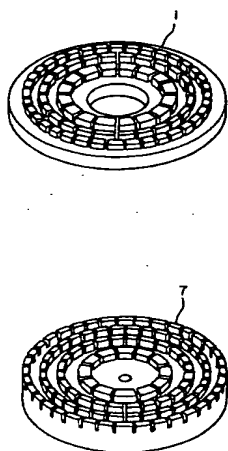
【符号の説明】

1 固定子

11

- 2 液入口
- 3 固定子の突起
- 4 固定子の円周溝
- 5 突起のスリット
- 6 駆動軸
- 7 回転子
- 8 回転子の突起
- 9 回転子の円周溝
- 10 突起のスリット
- 11 回転型連続式微分散機
- 12 樹脂熔融体タンク
- 13 樹脂ポンプ
- 14 水性媒体タンク
- 15 加熱用熱交換器
- 16 水性媒体ポンプ

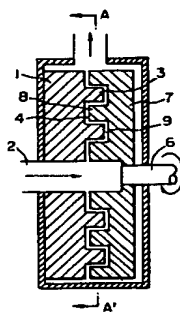
【図1】



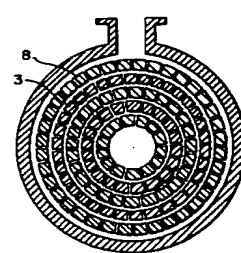
12

- 17 冷却用熱交換器
- 18 圧力制御弁
- 19 樹脂スラリータンク
- 20 樹脂スラリーポンプ
- 21 回転型連続式微分散機
- 22 硬化剤熔融体タンク
- 23 硬化剤ポンプ
- 24 水性媒体タンク
- 25 加熱用熱交換器
- 26 水性媒体ポンプ
- 27 冷却用熱交換器
- 28 圧力制御弁
- 29 硬化剤スラリータンク
- 30 硬化剤スラリーポンプ
- 31 粉体スラリー塗料タンク

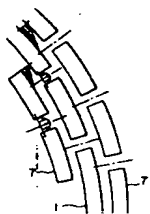
【図2】



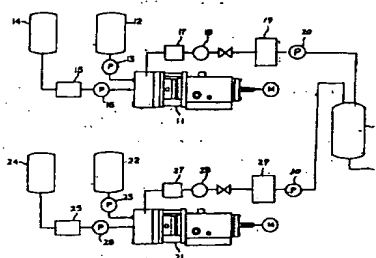
【図3】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

(72)発明者 小越 昇

千葉県袖ヶ浦市長湊駅前 4-16-15

POWERED BY **Dialog**

Aq. dispersion used for hot melt adhesive - in which thermoplastic resin powder is used covered with lubricant compsn. contg. silica and metal stearate

Patent Assignee: DAICEL CHEM IND LTD

Patent Family

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
JP 61119778	A	19860606	JP 84241438	A	19841115	198629	B
JP 93032516	B	19930517	JP 84241438	A	19841115	199322	

Priority Applications (Number Kind Date): JP 84241438 A (19841115)

Patent Details

Patent	Kind	Language	Page	Main IPC	Filing Notes
JP 61119778	A		6		
JP 93032516	B		5	D06M-015/59	Based on patent JP 61119778

Abstract:

JP 61119778 A

In an aq. dispersion dispersing low pt. thermoplastic resin powder, there is used thermoplastic resin powder covered with a lubricating compsn. consisting of fine particle anhydrous silica and metal salt of stearic acid. The aq. dispersion is used for hot melt adhesive for paste dot of fibres.

The thermoplastic resin includes copolymerised polyamide, low pt. polyester, polyurethane and polyethylene. Particle size of the lubricant is less than 50 microns, pref. 5-15 m microns. The anhydrous silica used is of purity more than 99.8 % and is not detected by heavy metal, As, Mg, Cs and Na. size of the anhydrous silica is av. 5-50 (7-15) m microns. To a thickening soln. to compose the dispersion is opt. added polyacrylamide, sodium polyacrylate, CMC, hydroxy ethylene cellulose, ammonium polyacrylate, polyacrylic acid, anionic, cationic or nonionic surfactant. (6pp Dwg.No 0/0)

Derwent World Patents Index

© 2002 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 4683307